

Rec'd PCT/PTO 22 APR 2005

10/532481

PCT/PTO 3/00797

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS  
NATIONAL BOARD OF PATENTS AND REGISTRATION

Helsinki 5.12.2003

ETUOIKEUSTODISTUS  
PRIORITY DOCUMENT

RECEIVED

03 FEB 2004

WIPO

PCT



Hakija  
Applicant

M-real Oyj  
Helsinki

Patenttihakemus nro  
Patent application no

20021899

Tekemispäivä  
Filing date

24.10.2002

Kansainvälinen luokka  
International class

D21H

Keksinnön nimitys  
Title of invention

"Menetelmä kuitutuotteen valmistamiseksi"

**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

Täten todistetaan, että oheiset asiakirjat ovat tarkkoja jäljennöksiä Patentti- ja rekisterihallitukselle alkuaan annetuista selityksestä, patenttivaatimuksista, tiivistelmästä ja piirustuksista.

This is to certify that the annexed documents are true copies of the description, claims, abstract and drawings originally filed with the Finnish Patent Office.

*Marketta Tehlikoski*  
Marketta Tehlikoski  
Apulaistarkastaja

Maksu 50 €  
Fee 50 EUR

Maksu perustuu kauppa- ja teollisuusministeriön antamaan asetukseen 1027/2001 Patentti- ja rekisterihallituksen maksullisista suoritteista muutoksineen.

The fee is based on the Decree with amendments of the Ministry of Trade and Industry No. 1027/2001 concerning the chargeable services of the National Board of Patents and Registration of Finland.

Osoite: Arkadiankatu 6 A Puhelin: 09 6939 500 Telefax: 09 6939 5328  
P.O.Box 1160 Telephone: + 358 9 6939 500 Telefax: + 358 9 6939 5328  
FIN-00101 Helsinki, FINLAND

## Menetelmä kuitutuotteen valmistamiseksi

Esillä oleva keksintö koskee patenttivaatimuksen 1 johdannon mukaista menetelmää monikerroksisen kuitutuotteen valmistamiseksi.

5

Tällaisen menetelmän mukaan ainakin yhdestä kuitukerroksesta koostuvan pohjakerroksen päälle sovitetaan toinen, täyteainetta sisältävä kuitukerros, joka muodostaa kuitutuotteen pintakerroksen.

- 10 Pohjapaperin tarkoitus päällystyksessä on luoda ongelmavapaat ajo-olosuhteet päällystimellä ja viimeistelyssä sekä luoda pohja päällysteelle painatusta varten.

Normaalin LWC-paperin neliömassa vaihtelee välillä 40 – 80 g/m<sup>2</sup>, mistä määrästä 6 – 15 g/m<sup>2</sup> on päällystekerrosta per puoli. Mentäessä kohti alhaisempia neliöpainoja

- 15 pohjapaperin ominaisuudet korostuvat entisestään. Ohuilla paperilaaduilla päällystekerroksella ei voida peittää pohjapaperin ominaisuuksia, jolloin erityisesti pohjapaperin karheudella ja huokoskoolla (tiiveys) on suuri merkitys päällystetyn paperin pinnan tasaisuuteen ja siten myös painojälkeen.

- 20 Alhaisilla päällystemäärillä päällystetyn paperin karheus kasvaa, kun pohjapaperin karheus tai huokoisuus kasvaa. Lisäämällä hieno- tai täyteainetta paperiin saadaan paperin karheutta alennetuksi.

- 25 Huokoisella pohjapaperilla päällysteen on havaittu tunkeutuvan voimakkaasti teräpäällystyksessä tai filminsiirtopäällystyksessä pohjapaperin rakenteeseen. Tiiviimpi pohjapaperi antaa paremman peittävyuden. Huono peittävyys näkyy suoraan huonontuneena tai epätasaisena painatusjälkenä tai johtaa tarvittavan päällystemäärän kasvuun.

- 30 Täyteainemäärä LWC:n pohjapaperissa on normaalisti 5 – 15 %. Täyteaineesta tyypillisesti noin puolet tulee päällystetystä hylystä ja puolet on uutta täyteainetta. Täyteaineita käytetään parantamaan paperin optisia ominaisuuksia ja painatusominaisuuksia, mutta samalla paperin lujuusominaisuudet kärsivät. Tästä on seurauksena mahdollisesti ajettavuusongelmat paperikoneella. Täyteainepigmentit ovat myös halvempia kuin kuidut, minkä seurauksena on kannattavaa pitää täyteainemäärä mahdollisimman korkeana.

FI-patentista 92729 tunnetaan menetelmä monikerrosratojen valmistamiseksi kerros-  
 rainaamalla. Menetelmässä muodostetaan monikerrosperälaatikon käsittävissä paperi-  
 koneessa ainakin kahteen erilliseen jakotukkiin eri massat samasta tuoremassasta ja  
 5 samasta massasäiliöstä. Massasäiliöstä ulos johdettu tuoremassa jaetaan useampaan  
 osavirtaukseen, jotka syötetään monikerrosperälaatikolle. Osavirtauksiin johdetaan eri  
 paperilajien ”laadun tai valmistustalouden kannalta tarkoituksenmukaiset kemikaalit ja/tai  
 lisäaineet”.

10 Monikerrosrainausta on myös kuvattu FI-patentissa 105 118 sekä EP-hakemusjulkaisuissa  
 824 157 ja 1 152 086.

Massan kerrostamisen on havaittu parantavan paperin pinnan sileyttä. Esim. jos runsaasti  
 hienoainesta sisältävä mekaaninen massa kerrostetaan pintakerrokseen, se parantaa  
 15 kerrosrakenteen sileyttä. Jos samalla bulkkinen kemiallinen tai mekaaninen massa  
 sijoitetaan keskikerrokseen voidaan myös paperin bulkkia parantaa.

Täyteaineen kerrostaminen pintakerrokseen on myös havaittu parantavan arkin sileyttä  
 verrattuna kerrostamattoman arkin pinnan sileyteen.

20 Tunnetussa tekniikassa monikerrosrainaustekniikkaa ehdotetaan käytettäväksi kohteissa,  
 joissa paperin tai kartongin laatua yleensä on parannettu esipäällistyksellä. Näitä ovat  
 esim. kirjoitus- ja painopaperit, hienopaperit (päällistetyt ja päällistämättömät), LWC:n  
 pohjapaperit sekä SC-paperit.

25 Vaikka tunnetulla ratkaisulla on poistettu monia perinteiseen tekniikkaan liittyviä ongelmia,  
 monikerrostuotteen pintakerrokselta vaaditaan edelleen hyvän sileyden lisäksi myös hyvää  
 formaatiota, joka tulee esille hyvänä painettavuutena. Niinpä huono formaatio näkyy  
 erityisen selvästi offset-painatuksen harmaa-sävyissä ja laikullisena painojälkenä. Tavan-  
 30 omaisten täyteaineiden retention parantamiseksi niitä käytetään yhdessä retentionaineiden  
 kanssa. Nämä saavat aikaan flokkaantumista, mikä entisestään huonontaa formaatiota.

Esillä olevan keksinnön tarkoituksena on poistaa tunnettuun tekniikkaan liittyvät  
 epäkohdat ja saada aikaan aivan uudenlainen ratkaisu monikerrospaperien- ja kartonkien

valmistamiseksi. Etenkin keksinnön tarkoituksena on saada aikaan uusi menetelmä sellaisten monikerrostuotteiden valmistamiseksi, joiden pinta on erittäin sileä, joilla on suuri ilmanläpäisyvastus ja joilla on korkea formaatio yhdistettynä hyviin optisiin ominaisuuksiin (korkea opasiteetti, hyvä päällystettävyyys).

5

Keksintö perustuu siihen ajatukseen, että monikerrostuotteen eri kerrokset muodostetaan kuitumateriaalia sisältävistä tuoremassoista monikerrosrainaustekniikalla. Tällaisessa tekniikassa massasulppua kerrostetaan paperikoneen monikerrosperälaatikossa siten, että monikerrostuotteen pintakerrokseen/-kerrokseen käytettävään massaan lisätään täyteainetta ja lisäaineita, minkä jälkeen massat johdetaan toisistaan erotettuina ja yhdistetään välittömästi ennen perälaatikon huulta, mistä massasulppusuihku ohjataan viiralle. Pintakerroksen täyteaineena käytetään keksinnön mukaan ainakin osittain sellaista komposiitti-täyteainetta, joka koostuu selluloosa- tai lignoselluloosafibrilleistä, joiden päälle on saostettu valoa sirottavia materiaali-partikkeleita, joiden osuus on korkeintaan 85 % täyteaineen painosta. Tämän tyyppisiä täyteaineita tunnetaan FI-patenttijulkaisustamme 100729.

Esillä olevan keksinnön mukaan on yllättäen todettu, että kun monikerrostuotteen pintakerros täytetään edellä mainitulla täyteaineella, pinnan opasiteetti kasvaa niin voimakkaasti, että pintakerroksen neliömassaa voidaan merkittävästi pienentää.

Keksinnössä on edelleen huomattu, että täyteaineena voidaan käyttää edellä mainitun edullisen täyteaineen lisäksi myös muita vastaavanlaisia täyteaineita, jotka koostuvat ainakin osittain selluloosa- tai lignoselluloosafibrilleistä, joiden päälle on saostettu valoa sirottavia materiaali-partikkeleita. Nämä partikkelit ovat tyypillisesti vesifaasiin saostuvai epäorgaanisia suoloja, kuten kalsiumkarbonaattia, kalsiumsulfaattia, bariumsulfaattia tai kalsiumoksalaattia.

Komposiittitäyteaineiden käyttö monikerrostuotteissa on esitetty aikaisemmassa FI-patenttihakemuksessamme 20010848. Hakemuksessa ei ole mitään mainintaa monikerrosrainaustekniikasta vaan siinä ehdotetaan erillisten kerrosten yhteenhuopauttamista. Esillä olevassa keksinnössä kerrokset muodostetaan samanaikaisesti monikerrosrainauksella ja ne kuivatetaan viiran päällä perälaatikon huulesta yhdessä syötettyinä.

Täsmällisemmin sanottuna keksinnön mukaiselle menetelmälle on pääasiallisesti tunnusomaista se, mikä on esitetty patenttivaatimuksen 1 tunnusmerkkiosassa.

Keksinnöllä saavutetaan huomattavia etuja. Niinpä keksinnön avulla voidaan valmistaa  
5 laadullisesti tasainen, korkean formaatiotason omaava paperi hyvällä retentiolla. Lisäksi kiertovedet puhdistuvat oleellisesti ja retentioaineiden tarve vähenee. Paremmasta formaatiosta seuraa sileämpi ja kiiltävämpi paperi. Sileyden paraneminen on hyvin merkittävä, kuten alla esitetyistä esimerkeistä käy ilmi; se on yllättävän hyvä ja selvästi suurempi kuin mitä oli odotettavissa. Jos paperi päällystetään, päällysteen peitto on  
10 parempi kuin perinteisillä, mineraalisilla täyteaineilla, mikä mahdollistaa pienemmät päällystemäärät. Myös kiillon ja painojäljen epätasaisuuteen liittyvät ongelmat vähenevät.

Esillä olevia tuotteita voidaan käyttää kirjoitus- ja painopapereissa (päällystetyt ja päällystämättömät hienopaperit, LWC- ja SC-paperit) sekä erilaiset kartongit. Keksinnön  
15 mukaisella monikerrostuotteella on suuri tiiviys, mistä syystä keksintö sopii erityisen edullisesti juuri ohuisiin, päällystettyihin paperilaatuihin (LWC, SC), joissa päällystepastan tunkeutuminen pohjapaperin sisään ja sen lävitse on perinteinen ongelma.

Tiiviytensä ja hyvän ilmanläpäisyvastuksensa ansiosta keksinnön mukaiset tuotteet  
20 kelpaavat myös sellaisiin käyttökohteisiin, joissa barrier-ominaisuudet ovat tärkeitä. Esimerkkeinä näistä mainittakoon kirjekuoripaperit, barrier-paperit sekä barrier-kartongit elintarvike- ja puhdistusainepakkauksiin.

Täyteaineen on todettu parantavan pintakerroksen formaatiota ja rakenteen jäykkyyttä. FI-patenttijulkaisussa 100729 kuvattu täyteaine, josta seuraavassa myös käytetään tuotenimeä  
25 "SuperFill", retentoituu hyvin, jolloin voidaan retentioaineannostelua voidaan pienentää ja silti systeemi on puhtaampi. Parempi retentoituminen edesauttaa myös muiden paperinvalmistuksen apuaineiden optimointiin/annostelun vähentämiseen. Puhtaus edesauttaa koneen ajettavuutta ja yleensä koneen käyntitehokkuus paranee, koska katkojen määrä  
30 vähenee.

Esillä olevaa keksintöä ryhdytään seuraavassa lähemmin tarkastelemaan yksityiskohtaisen selityksen ja muutaman sovellutusesimerkin avulla.

- Kuviossa 1a on sivukuvantona esitetty kaksikerroksisen kuitutuotteen periaatteellinen rakenne ja kuviossa 1b vastaavan nelikerroksisen kuitutuotteen rakenne, kuviossa 2 on esitetty pylväsdiagrammina esimerkin 1 tuotteiden sileys (karheus), kuviossa 3 on esitetty vastaavat tulokset ilmanläpäisyvastukselle, 5 kuviossa 4 on esitetty pylväsdiagrammina esimerkissä 2 selostettujen neljän tuotteen sileys (karheus), kuviossa 5 on esitetty vastaavat tulokset ilmanläpäisyvastukselle, ja kuviossa 6 on graafinen esitys eri täyteaineiden ilmanläpäisyvastuksista mineraalisen pigmentin pitoisuuden funktiona.

10

### Täyteaine ja sen valmistus

- Kuten yllä todetaan, keksinnön mukaan monikerroksisen kuitutuotteen pintakerrokseen lisätään täyteaineeksi komposiittitäyteainetta, joka käsittää selluloosafibrillejä, joiden 15 päälle on kiinnittynyt valoa sirottavia pigmenttejä. Fibrillit voivat olla peräisin kemiallisesta massasta tai mekaanisesta massasta tai näiden seoksesta. Kemiallisella massalla tarkoitetaan tässä yhteydessä massaa, jota on käsitelty keittokemikaaleilla selluloosakuitujen delignifioimiseksi. Erään edullisen sovellutusmuodon mukaan fibrillit saadaan jauhamalla sulfaattiprosessilla tai jollain muulla alkalisella keittomenetelmällä valmis- 20 tettuja massoja. Kemiallisten massojen lisäksi fibrillit voivat myös olla peräisin kemimekaanisista ja mekaanisista massoista.

- Tyypillisesti selluloosa- tai lignoselluloosafibrillien keskimääräinen paksuus on pienempi kuin 5  $\mu\text{m}$ , tavallisesti pienempi kuin 2  $\mu\text{m}$ . Fibrilleille on ominaista toinen tai molempi 25 seuraavista kriteereistä:

- a. ne vastaavat fraktiota, joka läpäisee 100 meshin seulan; ja
  - b. niiden keskimääräinen paksuus on 0,01 – 10  $\mu\text{m}$  (edullisesti korkeintaan 5  $\mu\text{m}$ , erityisen edullisesti korkeintaan 1  $\mu\text{m}$ ) ja keskimääräinen pituus on 10 – 1500  $\mu\text{m}$ .
- 30 Fibrillien lähtöaine, eli selluloosa- tai muu kuitupohjainen hienoaine, fibrilloidaan jauhamalla se massajauhimella. Haluttu jae voidaan tarvittaessa erottaa lajittimella, mutta hienoainetta ei aina tarvitse lajitella. Sopivia fibrillijakeita ovat viirälajittimen jakeet P50 – P400. Edullisesti käytetään jauhimia, joissa on uritetut terät.

Täyteaineen valoa sirottavat materiaali­partikkelit ovat epäorgaanisia tai orgaanisia suoloja, jotka on muodostettavissa lähtöaineistaan saostamalla vesipitoisessa väliaineessa. Tällaisia yhdisteitä ovat kalsiumkarbonaatti, kalsiumoksalaatti, kalsiumsulfaatti, bariumsulfaatti sekä näiden seokset. Materiaali­partikkelit on saostettu kuitujen päälle. Epäorgaanisen suolayhdisteen määrä suhteessa fibrillien määrään on noin 0,0001 – 95 paino-%, edullisesti noin 0,1 – 90 paino-%, sopivimmin noin 60 - 80 paino-%, täyteaineen määrästä laskettuna ja noin 0,1 - 80 paino-%, edullisesti noin 0,5 – 50 paino-% pintakerroksen kuivapainosta.

Seuraavassa keksintöä tarkastellaan etenkin FI-patenttijulkaisun 100729 mukaisen tuotteen kannalta, mutta on selvää, että keksintöä voidaan soveltaa muille yllä mainituille tuotteille valoa sirottavan pigmentin lähtöaineita sopivasti muuttamalla.

Täyteaine valmistetaan saostamalla mineraalinen pigmentti selluloosakuidusta ja/tai mekaanisesta massakuidusta valmistettujen hienoainefibrillien pinnalle. Esim. kalsiumkarbonaatin saostus voidaan suorittaa siten, että syötetään fibrillien vesisulppuun kalsiumhydroksidin vesiseos, joka mahdollisesti sisältää kiinteää kalsiumhydroksidia, sekä karbonaatti-ioneja sisältävä, veteen ainakin osittain liuennut yhdiste. Vesifaasiin voidaan myös johtaa hiilidioksidikaasua, joka kalsiumhydroksidin läsnä ollessa tuottaa kalsiumkarbonaattia. Muodostuu fibrillien, eli hienojen rihmojen koossa pitämiä helminauhamaisia kalsiumkarbonaattikideaggregaatteja, joissa kalsiumkarbonaattipartikkelit ovat saostuneet hienoainerihmoihin kiinni. Hienoainerihmat muodostavat yhdessä kalsiumkarbonaatin kanssa helminauhamaisia rihmoja, jotka muistuttavat lähinnä kasassa olevia helminauhoja. Vedessä (sulpassa) aggregaattien tehollisen tilavuuden ja massan suhde on hyvin suuri verrattuna tavanomaisen täyteaineena käytettävän kalsiumkarbonaatin vastaavaan suhteeseen. Tehollisella tilavuudella tarkoitetaan pigmentin vaatimaa tilavuutta.

Kalsiumkarbonaattipartikkelien halkaisija aggregaateissa on noin 0,1 – 5 µm, tyypillisesti noin 0,2 – 3 µm. Fibrillit vastaavat pääosin (ainakin noin 55 %:sesti) viiralajittimen jakeita P50 – P400.

30

Monikerrostuotteen pintakerrokseen lisätään tällaista täyteainetta 1 – 90 p-% kuiduista (kuivapaino), tyypillisesti noin 5 – 50 p-%. Tavallisesti esitetty täyteaine muodostaa ainakin 5 paino-%, sopivimmin 10 – 100 paino-% pohjaradan täyteaineesta ja vastaavasti 10 – 50 paino-% pohjaradan kuitumateriaalista. On periaatteessa myös mahdollista

valmistaa pohjarata, jonka kuitumateriaali kokonaisuudessaan koostuu täyteaineen fibrilleistä, joten yleisesti ottaen esillä oleva täyteaine voi muodostaa 1 – 100 paino-% pohjaradan kuitumateriaalista.

- 5 Pintakerroksen tuottamiseen käytetyssä sulpussa osa täyteaineesta voi koostua tavanomaisista täyteaineista, kuten kalsiumkarbonaatista. Edullisesti kuitenkin ainakin 80 %, erityisen edullisesti ainakin 90 %, saostetuista, valoa sirottavista pigmenttipartikkeleista on kiinnittynyt fibrilleihin.

## 10 Monikerrosrakenne

Kuvioissa 1a ja 1b on esitetty kaksi ja vastaavasti neljä kerrosta sisältävien kuitukerros-  
tuotteiden rakenne sivukuvantona.

- 15 Keksinnön mukainen tuote voi olla laineri, joka käsittää kaksikerroksisen tuotteen (ks. kuvio 1a), jossa on pinta- eli kansikerros 1 ja taustakerros 2. Pintakerros peittää taustakerroksen siten, ettei taustakerros näy pintakerroksen läpi.

- 20 On myös mahdollista valmistaa kolme- tai neljäkerroksisia tuotteita. Periaatteessa kerrostuotteen kerrosten lukumäärälle ei ole ylärajaa, kerroksia voi olla jopa 5, 6 tai 7, keksinnön kannalta on olennaista, että pintakerros sisältää yllä tarkemmin kuvattua täyteainetta, jolloin pintakerros peittää alla olevat kerrokset, jotka voidaan valmistaa taloudellisesti edullisista raaka-aineista.

- 25 Monikerroksisista tuotteista mainittakoon kuvion 1b nk. testlaineri-tyyppiset 4-kerros-  
tuotteet, joissa on pintakerros 3, pintakerroksen alainen kerros 4, välikerros 5 sekä tausta-  
kerros 6.

- 30 Erityisen edullinen kerrostuote on sellainen, joka käsittää kolme kerrosta, nimittäin kaksi  
pintakerrosta sekä niiden välissä olevan keskikerroksen. Tällainen pohjapaperi kelpaa  
erinomaisesti kevyestä päällystettyihin painopapereihin, kuten LWC-papereihin.

Kuitutuotteen valmistukseen voidaan käyttää erilaisia raaka-aineita käyttötarkoituksen mukaan. Sekä neitseelliset kuidut että kierrätyskuidut voivat tulla kyseeseen. Neitseellinen



- kuitu voi olla peräisin havupuusta tai lehtipuusta (hakkeesta) tai se voi olla peräisin sahapurusta. Erityisen edullisesti pintakerrokseen käytetään neitseellistä kuitumassaa. Tämä on sopivimmin tuotettu sulfaattikeitolla (kraftmassa), koska sulfaattikeitto antaa lujuusominaisuuksiltaan erittäin sopivan massan, kuten nimestä käy ilmi. Kierrätyskuitu voi olla peräisin esim. käytetyistä aaltopahvipakkauksista (OCC) tai sekakuiduista. Kierrätyskuitua käytetään etenkin testlainerien valmistukseen. Pinta- ja taustakerros (-kerrokset) voidaan valmistaa samanlaisesta raaka-aineesta tai erilaisesta lähtöainekuidusta. Mikäli molempiin käytetään neitseellistä kuitua, kuten kraftmassaa, niin taustakerroksen massa voidaan keittää korkeaan saantoon, minkä jälkeen sille suoritetaan lievä jauhatus. Pintakerrokseen käytetään massaa, joka on keitetty alhaisempaan kappaan ja jota myös on jauhettu taustakerroksen massaa enemmän. Tyypillisesti taustakerroksen massa keitetään noin kappa-arvoon 30 – 70 ja pintakerroksen massa alle kappa-arvon 25 (valkaisemattoman massan kappaluku). Valkaisu voidaan suorittaa sinänsä tunnetulla tavalla esim. ECF- tai TCF-valkaisuna.
- 15 Sulppuun voidaan lisätä retentioaineita esim. noin 0,5 – 3 % kuituaineksen määrästä. Keksinnön yhteydessä on kuitenkin todettu, että tässä kuvattava täyteaine antaa niin hyvän retention, ettei kerroksessa tarvitse välttämättä käyttää retentioaineita tai niiden määrää voidaan huomattavasti vähentää. Kerrostuote voidaan massa- tai pintaliimata kosteuden-  
 20 keston parantamiseksi. Mikäli raaka-aineena on matalalaatuinen keräyskuitu, riittävän lujuuden omaavan tuotteen valmistamiseen on edullista käyttää liimapuristinta. Tuotteiden mukaan pohjapaperin neliöpainon jakauma pinta- ja keskikerrosten välillä vaihtelee siten, että pintakerrosten yhteenlaskettu paino suhteessa keskikerroksen (-kerrosten) painoon on noin 20/80...80/20, tyypillisesti noin 30/70...70/30. Tavallisesti suhde on noin  
 25 35:65...65:35. Pintakerroksen neliömassa on yleensä noin 5 – 125 g/m<sup>2</sup> (ks. alla). Keksinnön mukaan toimittaessa pintakerroksen neliömassaa voidaan vähentää yli 10 %, jopa 20 % tai enemmän, ilman että kannen optiset tai mekaaniset ominaisuudet kärsisivät.

### Tuotteet

30

Erityisen edullisesti valmistetaan kolmikerroksinen kuitutuote, jonka neliömassa (päällystämättömän pohjapaperin) on edullisesti noin 20 – 100 g/m<sup>2</sup>, tyypillisesti noin 25 – 60 g/m<sup>2</sup>, jolloin yhden pintakerroksen neliömassa on noin 2 – 50 g/m<sup>2</sup>, edullisesti noin 5 – 20 g/m<sup>2</sup>. Tällaisessa tuotteessa neliömassan jakauma pinta- ja taustakerrosten

(keskikerroksen/-kerrosten) välillä on etenkin noin 36/65...65/35. Sama jakauma voi myös toteutua kaksi- ja vastaavasti nelikerrostuotteissa.

- 5 Keksintöä voidaan soveltaa esim. sellaisten tuotteiden valmistukseen, jossa pohjakerros käsittää kemiallista selluloosamassaa ja pintakerros käsittää vastaavasti sellua tai edullisesti mekaanista massaa.

- 10 Esimerkkinä keksinnön mukaan aikaansaataavista tuotteista mainittakoon ohuet paperilaadut (alle  $80 \text{ g/m}^2$ , erityisen edullisesti alle  $60 \text{ g/m}^2$ ), joiden kohdalla ratkaistaan perinteinen ongelma: päällystyspastan tunkeutuminen pohjapaperin läpi. Tällä voidaan tiivistää ja parantaa tasaisuutta ja päällystettävyyttä ja estää pastan tunkeutuminen pohjapaperiin. Pienemmällä pastamäärällä voidaan siksi täyttää pinnan karkeudet ja pastan määrän vähentämisestä huolimatta saada parempi peitto.

- 15 Keksinnön mukaista täyteainetta jaetaan enemmän pintoihin ja vähemmän keskelle. Keskikerroksen täyteaineeksi syötetään etupäässä päällystetyn hyllyn sulputuksesta saatavaa massaa.

- 20 Keksinnön erityisen edullisen sovellus käsittää LWC-paperin pohjapaperin, jossa sekä pohjakerros että pintakerros/pintakerrokset käsittävät kemiallisen selluloosamassan ja mekaanisen massan seoksen, jolloin valinnaisesti pohjakerroksen muodostamiseen on käytetty mekaanista massaa, joka on karkeampaa kuin pintakerroksen muodostamiseen käytetty massa.

## 25 Monikerrosradan muodostaminen

- 30 Keksinnössä sovelletaan monikerrosrainaustekniikkaa monikerrostuotteen valmistamiseksi. Tällainen ratkaisu mahdollistaa lisäaineiden, täyteaineiden ja hienoaineiden kerrostamisen. Sopivia massansyöttöjärjestelyjä on kuvattu esim. FI-patenttijulkaisussa 105 118 ja EP-hakemusjulkaisussa 824 157.

Monikerrosperälaatikkoa käytetään sopivimmin yhdessä nk. kitaformerin kanssa. Tällaisessa laitteessa perälaatikon muodostama huulisuihku syötetään kahden viiran välille ja vesi poistetaan massasta viirojen läpi kahteen eri suuntaan. Kitarainaimella saadaan

hienoaines kerääntymään kerroksen pinnoille ja täyteaineen jakaumasta tulee muodoltaan ”hymyilevä”. Kun monikerrosperälaatikkoa käytetään kitaformerin kanssa haluttu monikerrosrakenne saadaan yksinkertaisesti aikaan syöttämällä paperi- tai kartonkimassa kerroksittain viirojen väliin edellä kuvatulla tavalla. Tekniikalla voidaan myös valmistaa

5 tuotteita, joissa kerrosten paksuudet ovat pienempi kuin tavallisessa monikerrostekniikassa.

Käytännössä voidaan menetellä EP-hakemusjulkaisussa 824 157 kuvatulla tavalla, jolloin monikerrosperälaatikossa kerrostetaan massa siten, että komposiittitäyteaine sisällytetään pintakerroksiin johdettaviin massavirtoihin. Näihin voidaan myös sisällyttää lisäaineita,

10 kuten tärkkelysjohdannaisia sekä mahdollisia retentioaineita. Kuten rinnakkaisessa hakemuksessamme olemme osoittaneet, uusien komposiittitäyteaineiden retentio on kuitenkin niin hyvä, että niillä on mahdollista saada aikaan hyvä retentio ilman erillisiä retentioaineita, mikä parantaa pintakerrosten formaatiota. Massavirrat johdetaan toisistaan esim. muovisilla erotuslevyillä erotettuina kahtena, kolmena tai useampana virtana

15 perälaatikon huulelle, jolle saavuttuaan ne on yhdistetty yhdeksi kerrostetuksi massavirraksi. Huulelta massa syötetään viiraosan esim. kitaformerin muodostamaan kitaan, josta se johdetaan viirojen vedenpoistolaitteiden ohi paperikoneen puristinosalle. Puristinosasta massa johdetaan tämän jälkeen kuivatusosaan, jossa se kuivatetaan sinänsä tunnetulla tavalla.

20 Kuivatettu paperi- tai kartonkiraina voidaan päällystää online- tai offline-päällystimellä esim. kalsiumkarbonaatilla, kipsillä, alumiinisilikaatilla, kaoliinilla, alumiinihydroksidilla, magnesiumsilikaatilla, talkilla, titaanidioksidi, bariumsulfaatilla, sinkkioksidilla, synteettisellä pigmentillä tai näiden seoksella.

25 Esillä olevaa keksintö havainnollistetaan vielä seuraavilla esimerkeillä. Esimerkeissä 1 ja 2 kuvataan kerrostamisen etua kerrostamattomaan paperiin laboratorioarkkien avulla. Näissä esimerkeissä havaitaan merkittävä tiiveyden ja sileyden parannus. Esimerkissä 3 on esitetty SuperFill-täyteaineen tiivistävämpi vaikutus verrattuna normaaliin PCC:iin tavallisilla

30 kerrostamattomilla arkeilla. Mittaustulokset on määritetty seuraavien standardimenetelmien avulla:

Pintakarheus: SCAN-P76:95 ja

Ilmanläpäisevyyden vastus: SCAN-M8, P19

**Esimerkki 1****Kerrosarkkien valmistaminen monikerrosarkkimuotilla 1**

Koesarjassa tehtiin laboratorioarkkeja erityisellä monikerrosarkkimuotilla.

5

Monikerrosarkkimuotilla on mahdollista kerrosta eri massa-, täyteaine- ja kemikaalilaatuja kolmee eri massakerrokseen. Arkin valmistuksen jälkeen arkki märkäpuristetaan ja kuivatetaan standardiolosuhteissa.

- 10 Valmiiden arkkien neliöpainot olivat  $36 - 37 \text{ g/m}^2$  ja täyteainepitoisuus arkeissa oli  $12 - 15 \%$ . SuperFill:n PCC-pitoisuus oli  $67,5 \%$  ja SuperFill:n kantajamateriaalina oli ECF-valkaistua koivumassaa (Äänekoski). SuperFill-tuote valmistettiin FI-patenttijulkaisun 100729 esimerkin 1 mukaisesti.

- 15 Kerrostettujen koepisteiden rakenteet on esitetty taulukossa 1

**Taulukko 1. Koepisteet**

Kerrossuhteet	Koepiste 5	Koepiste 7
33	sellu/TMP aks/PCC/ret	Sellu/TMP aks/SF/ret
33	Sellu/TMP rej	Sellu/TMP rej
33	Sellu/TMP aks/PCC/ret	Sellu/TMP aks/SF/ret

- 20 Koepiste 5 on valmistettu seuraavasti:

- Sellun osuus koko massasta on  $40 \%$ , joka on lisätty jokaiseen kerrokseen yhtä paljon,
- Keskikerroksessa on käytetty TMP-rejektimassaa (TMP rej), ei täyteainetta eikä kemikaaleja,
- 25 – Pintakerroksessa on käytetty TMP-akseptimassaa (TMP aks), kaupallista PCC-täyteainetta (PCC) ja retentiokemikaaleja (ret).

Koepiste 7 eroaa koepisteestä 5 vain täyteaineen osalta, siinä on kaupallinen PCC korvattu SuperFill -täyteaineella (SF).

Koepiste 8 kuvaa normaalia yksikerrosarkkia, jossa täyteaineena on SuperFill.

Kaupallisena retentiokemikaalina käytettiin Percol 47 –kemikaalia.

5

**Taulukko 2**

	Koepiste 5		Koepiste 7		Koepiste 8	
Neliöpaino, g/m <sup>2</sup>	36,3		36,1		36,8	
Paksuus, µm	77		72		78	
Tiheys, m <sup>3</sup> /g	471		501		472	
Bulkki, kg/m <sup>3</sup>	2,12		1,99		2,12	
Ilmanläpäisy, ml/min	1090		578		1230	
Bendtsen karheus/ ml/min	sp*	kp**	sp*	kp**	sp*	kp**
	182	772	143	144	227	1170

sp\* = sileä puoli

kp\*\* = karhea puoli

10

Tulokset on myös esitetty graafisessa muodossa kuvioissa 2 ja 3.

Arkkien kerroksellinen täyteainejakauma osoittaa pintakerroksien sisältävän 15 – 20 % ja keskikerroksen noin 5 % täyteainetta. Arkkien tavoite-täyteainepitoisuus oli 10 %, mikä osoittaa täyteaineen kerrostamisen pintakerrokseen onnistuneen hyvin.

15

Pinnan karheus (roughness) pienenee kerrostamalla täyteaine pintakerrokseen (noin 40 % sileämpi pinta). Korvaamalla tämä SuperFill täyteaine kaupallisella PCC:llä tämä sileyden etu pienenee puoleen, etu kerrostamattomaan SuperFill arkkiin on vain 20 %.

20

Arkkien ilman läpäisyvastus eli tiiveys (Air permeability, kuviossa 3 ilmanläpäisevyys) kasvaa selvästi kerrostamalla SuperFill -täyteaine pintakerrokseen (yli 50 % tiiviimpi rakenne). Korvaamalla tämä SuperFill –täyteaine kapallisella PCC:llä tämä tiiveyden etu melkein menetetään kokonaan. Etu kerrostamattomaan SuperFill –arkkiin on vain 10 %.

25

**Esimerkki 2****Kerrosarkkien valmistaminen monikerrosarkkimuotilla 2**

Koesarjassa tehtiin laboratorioarkkeja erityisellä monikerrosarkkimuotilla.

5

Monikerrosarkkimuotilla on mahdollista kerrostaa eri massa-, täyteaine- ja kemikaalilaatuja kolmeen eri massakerrokseen. Arkin valmistuksen jälkeen arkki märkäpuristetaan ja kuivatetaan standardiolosuhteissa.

- 10 Valmiiden arkkien neliöpainot olivat 36 – 37 g/m<sup>2</sup> ja täyteainepitoisuus arkeissa oli 12 – 15 %. SuperFill:n PCC-pitoisuus oli 67,5 % ja SuperFill:n kantajamateriaalina oli ECF-valkaistua koivumassaa (Äänekoski). SuperFill-tuote valmistettiin FI-patenttijulkaisun 100729 esimerkin 1 mukaisesti.

- 15 Kerrostettujen koepisteiden rakenteet on esitetty taulukossa 3:

**Taulukko 3. Koepisteet**

Kerrossuhteet	Koepiste 10	Koepiste 11
30	TMP aks/PCC/ret	TMP aks/SF/ret
40	Sellu	Sellu
30	TMP aks/PCC/ret	TMP aks/SF/ret

- 20 Koepiste 10 on valmistettu seuraavasti:

- Sellun osuus koko massasta on 40 %, joka on lisätty jokaiseen kerrokseen yhtä paljon,
- Keskikerroksessa ei ole käytetty täyteainetta eikä kemikaaleja,
- Pintakerroksissa on käytetty TMP-akseptimassaa (TMP aks), kaupallista PCC-täyteainetta (PCC) ja retentiokemikaaleja (ret).

25

Koepiste 11 eroaa koepisteestä 10 vain täyteaineen osalta, siinä on kaupallinen PCC korvattu SuperFill -täyteaineella (SF).

Koepiste 8 kuvaa normaalia yksikerrosarkkia, jossa täyteaineena on SuperFill.

Kaupallisena retentiokemikaalina käytettiin Percol 47 –kemikaalia.

- 5 Koesarjan aikana viiratyypin vaihdettiin huokoisempaan, jolloin koepisteiden 10b ja 11 (kerrostetut arkit) vertaaminen koepisteeseen 8 (kerrostamaton arkki) onnistuu vain koepisteen 10a avulla. Koepisteet 8 ja 10a olivat valmistetut samalla viiralla.

**Taulukko 4**

	Koepiste 8		Koepiste 10a		Koepiste 10b		Koepiste 11	
Neliöpaino, g/m <sup>2</sup>	36,8		36,1		35,7		35,0	
Paksuus, µm	78		76		78		71	
Tiheys, m <sup>3</sup> /g	472		475		458		493	
Bulkki, kg/m <sup>3</sup>	2,12		2,11		2,18		2,03	
Ilmanläpäisy, ml/min	1230		780		476		274	
Bendtsen	sp*	kp**	sp*	kp**	sp*	kp**	sp*	kp**
karheus/ ml/min	227	1170	71	71	127	792	97	861

sp\* = sileä puoli

kp\*\* = karhea puoli

10a-10b: viiran tyyppi vaihdettu

Tulokset on myös esitetty graafisesti kuvioissa 4 ja 5.

Arkkin kerroksellinen täyteainejakauma osoittaa pintakerrosten sisältävän 15 – 20 % ja keskikerroksen noin 5 % täyteainetta. Arkkien tavoite-täyteainepitoisuus oli 10 %, mikä osoittaa täyteaineen kerrostamisen pintakerrokseen onnistuneen hyvin.

Pinnan karheus (roughness) pienenee kerrostamalla kaupallinen PCC-täyteaine pintakerrokseen (noin 70 % sileämpi pinta). Korvaamalla PCC SuperFill –täyteaineella tämä sileys kasvaa entisestään (n. 25 % sileämpi pinta).

- 5 Arkkien ilman läpäisyvastus eli tiiveys (Air permeability, kuviossa 5 ilmanläpäisevyys) kasvaa selvästi kerrostamalla kaupallinen täyteaine pintakerrokseen (n. 35 % tiiviimpi rakenne). Edelleen korvaamalla tämä kaupallinen PCC-laatu SuperFill –täyteaineella tiiveys kasvaa vielä noin 40 %.

### 10 Esimerkki 3

#### Käsiarkkien valmistaminen eri täyteaineilla

Koesarjassa tehtiin käsiarkkeja normaalilla arkkimuotilla eri täyteaineilla. Arkkien tavoiteneliöpaino oli  $62 \text{ g/m}^2$  kahdella eri täyteainepitoisuudella, nimittäin 10 ja 20 %:lla.

- 15 Täyteaineina käytettiin kaupallista PCC-laatua, Albacar LO, sekä neljää eri SuperFill -täyteainetta. Näissä SuperFill –täyteainessa PCC-pitoisuus oli 56, 67, 78 ja 82 %. SuperFill-tuote valmistettiin FI-patenttijulkaisun 100729 esimerkin 1 mukaisesti.

Tulokset on esitetty kuviossa 6.

### 20

Valmiiden SuperFill-arkkien havaittiin olevan tiiviimpiä kuin PCC arkkien. Tämän lisäksi SuperFill-arkit tiivistyvät entisestä arkin PCC-pitoisuuden kasvaessa.

- 25 Tiivistävä vaikutus kasvaa entisestään, kun siirrytään SuperFill-laatuihin, joissa on alhaisempi PCC-pitoisuus.



**Patenttivaatimukset:**

1. Menetelmä monikerroksisen kuitutuotteen valmistamiseksi, jonka menetelmän mukaan ainakin yhdestä kuitukerroksesta koostuvan pohjakerroksen (2; 4-6) päälle sovitetaan  
5 toinen, täyteainetta sisältävä kuitukerros, joka muodostaa kuitutuotteen pintakerroksen (1; 3), t u n n e t t u siitä, että
- kerrokset muodostetaan monikerrosrainaustekniikalla, ja
  - pintakerroksen (1; 3) täyteaine koostuu ainakin osittain selluloosa- tai lignoselluloosafibrilleistä, joiden päälle on saostettu valoa sirottavia  
10 materiaalipartikkeleita, joiden osuus on korkeintaan 85 % täyteaineen painosta.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että massasulppu kerrostetaan paperikoneen monikerrosperälaatikossa siten, että monikerrostuotteen pintakerrokseen/-kerroksiin käytettävään massaan lisätään täyteainetta ja lisäaineita, minkä  
15 jälkeen massat johdetaan toisistaan erotettuina ja yhdistetään välittömästi ennen perälaatikon huulta, mistä massasulppusuihku ohjataan viiralle.
3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että käytetään täyteainetta, joka käsittää kasvikuiduista jauhamalla ja seulomalla valmistettuja selluloosa- tai lignoselluloosafibrillejä,, joiden keskimääräinen paksuus on pienempi kuin 5 µm.  
20
4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että käytetään täyteainetta, jossa valoa sirottavat materiaalipartikkelit on saostettu sellaisten fibrillien päälle, jotka vastaavat fraktiota, joka läpäisee 50 meshin seulan ja/tai joiden keski-  
25 määräinen paksuus on 0,1 – 10 µm ja keskimääräinen pituus on 10 – 1500 µm.
5. Jonkin patenttivaatimuksen 1 – 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että valoa sirottavat materiaalipartikkelit ovat epäorgaanisia suoloja, jotka on muodostettavissa lähtöaineistaan saostamalla vesipitoisessa väliaineessa.  
30
6. Patenttivaatimuksen 5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että valoa sirottavat materiaalipartikkelit ovat kalsiumkarbonaattia, kalsiumoksalaattia, kalsiumsulfaattia, bariumsulfaattia tai näiden seosta.

7. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että epäorgaanisten suolojen osuus täyteaineen painosta on 75 – 85 paino-%.
8. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että valmistetaan kolmikerroksinen kuitutuote, jonka neliömassa päällystämättömänä on noin 20 – 100 g/m<sup>2</sup>, edullisesti noin 25 – 60 g/m<sup>2</sup>, jolloin yhden pintakerroksen neliömassa on noin 2 – 50 g/m<sup>2</sup>, edullisesti noin 5 – 20 g/m<sup>2</sup>.
9. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että pintakerrosten yhteenlasketun painon suhde keskikerroksen (-kerrosten) painoon on noin 20/80...80/20, edullisesti noin 30/70...70/30, etenkin noin 35:65...65:35.
10. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että pohjakerros käsittää kemiallista selluloosamassaa.
11. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että pintakerros käsittää mekaanista massaa.
12. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että valmistetaan LWC-paperin pohjapaperi, jolloin sekä pohjakerros että pintakerros/pintakerrokset käsittävät kemiallisen selluloosamassan ja mekaanisen massan seoksen, jolloin valinnaisesti pohjakerroksen muodostamiseen käytetään mekaanista massaa, joka on karkeampaa kuin pintakerroksen muodostamiseen.

(57) Tiivistelmä:

Keksintö koskee monikerroksisen kuitutuotteen valmistusta. Menetelmän mukaan ainakin yhdestä kuitukerroksesta koostuvan pohjakerroksenpäälle sovitetaan toinen, täyteainetta sisältävä kuitukerros, joka muodostaa kuitutuotteen pintakerroksen. Keksinnön mukaan kerrokset muodostetaan monikerrosrainaustekniikalla, ja pintakerroksen täyteaineena sisältää selluloosa- tai lignoselluloosafibrillejä, joiden päälle on saostettu valoa sirottavia materiaali partikkeleita, joiden osuus on korkeintaan 85 % täyteaineen painosta. Keksinnön avulla saadaan aikaan pohjapaperi, joka sopii ohuisiin, päällystettyihin paperilaatuihin, joissa päällystepastan tunkeutuminen pohjapaperin sisään ja sen lävitse on perinteinen ongelma.

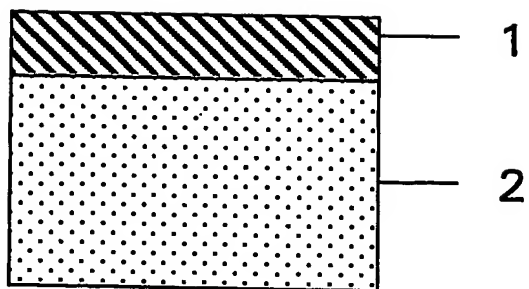


Fig. 1a

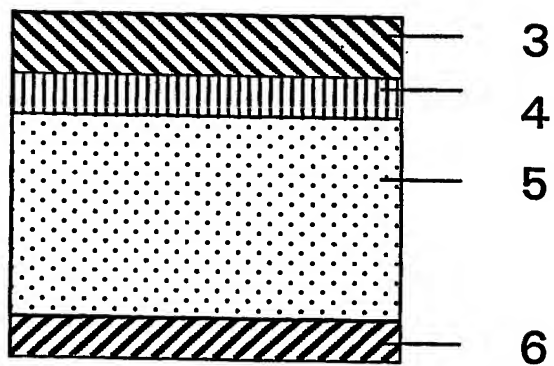


Fig. 1b

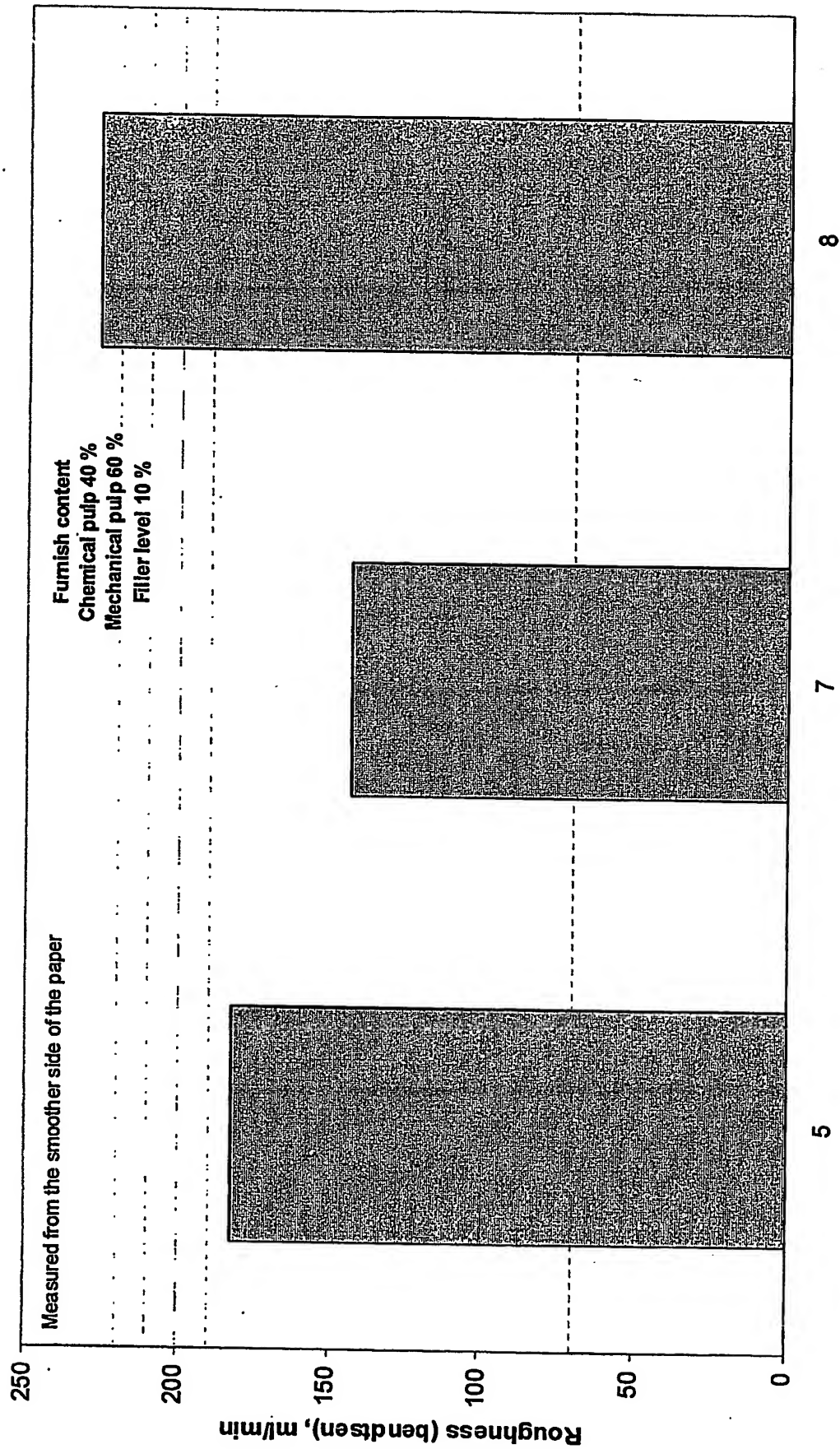


Fig. 2

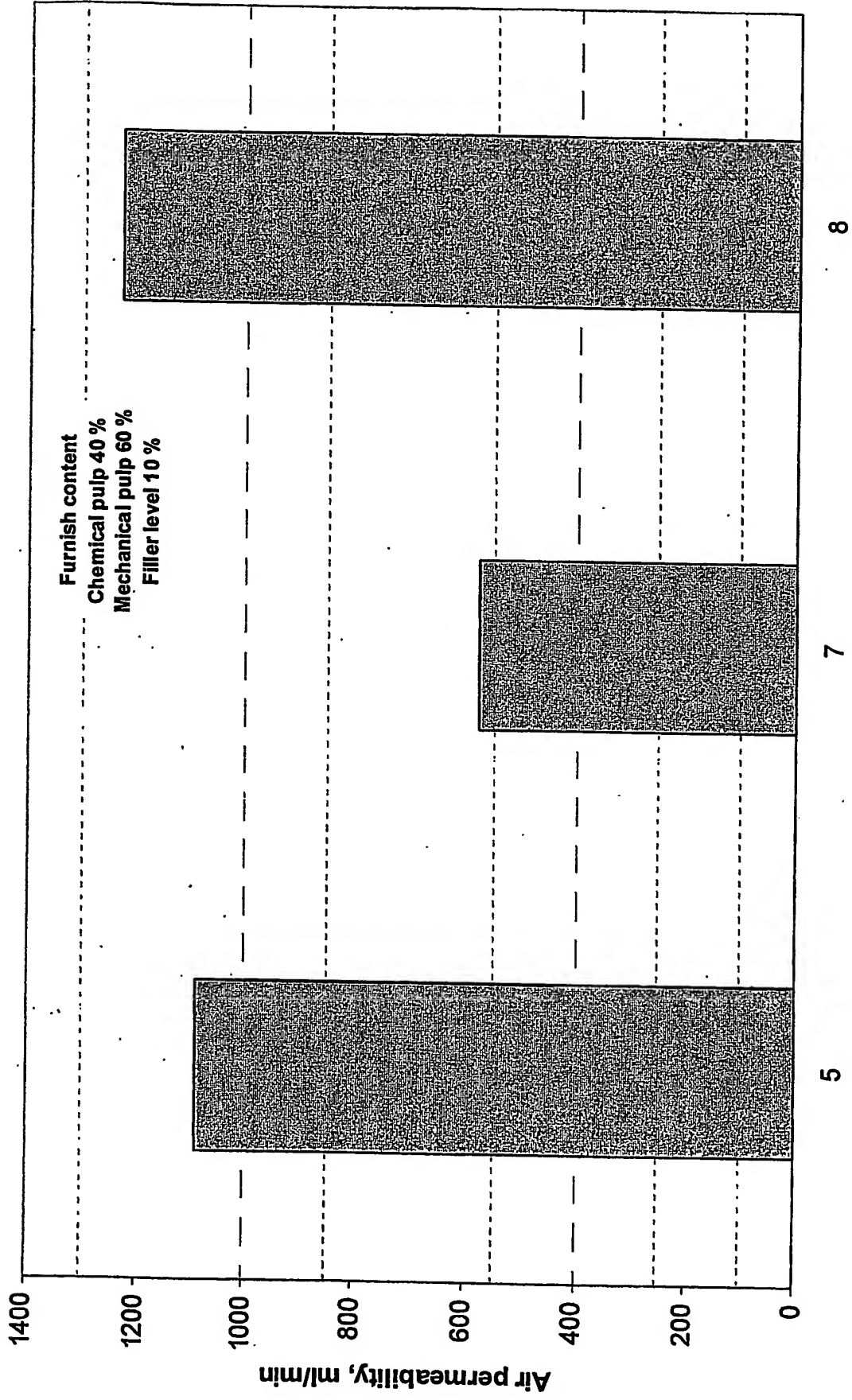


Fig. 3

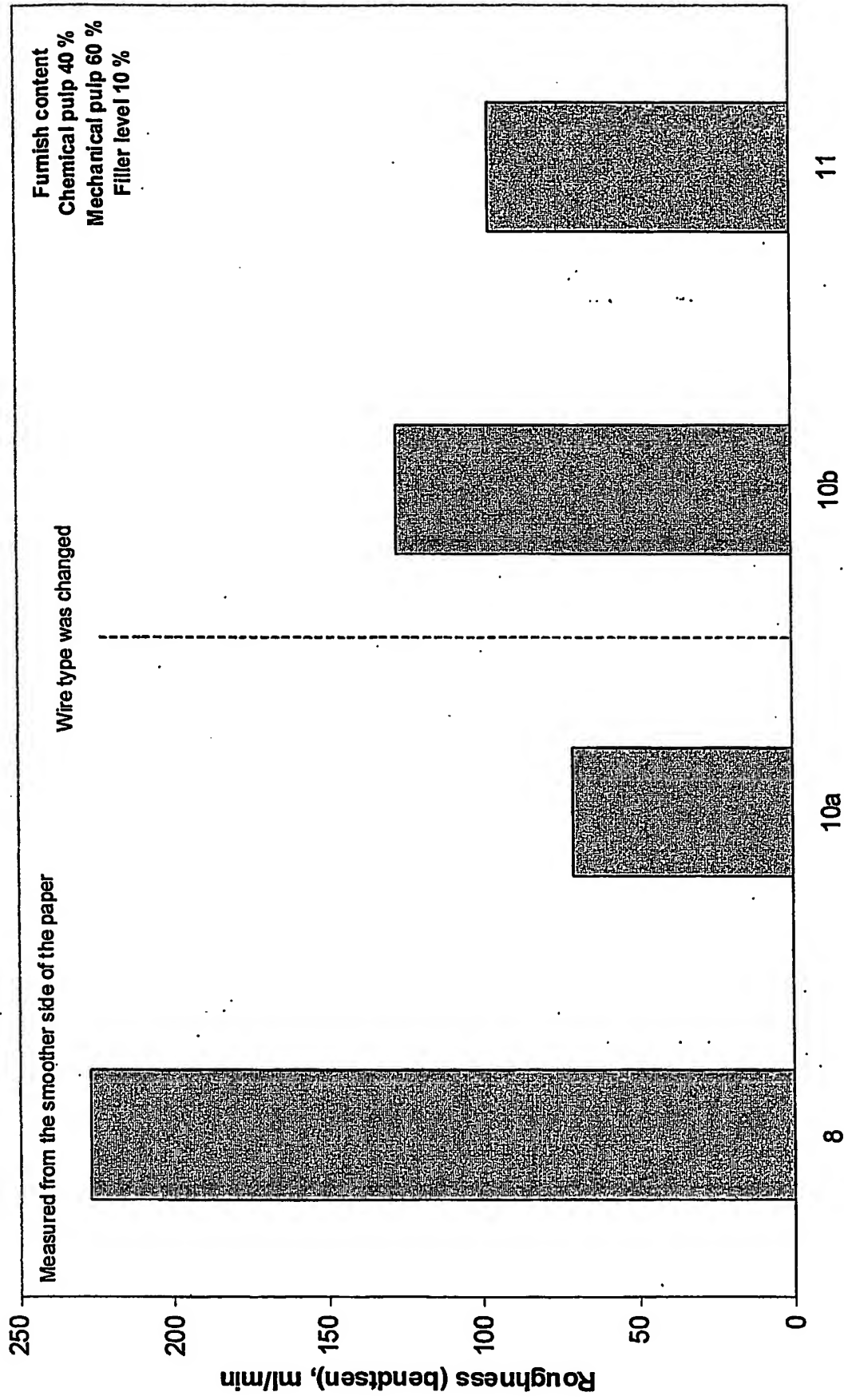


Fig. 4

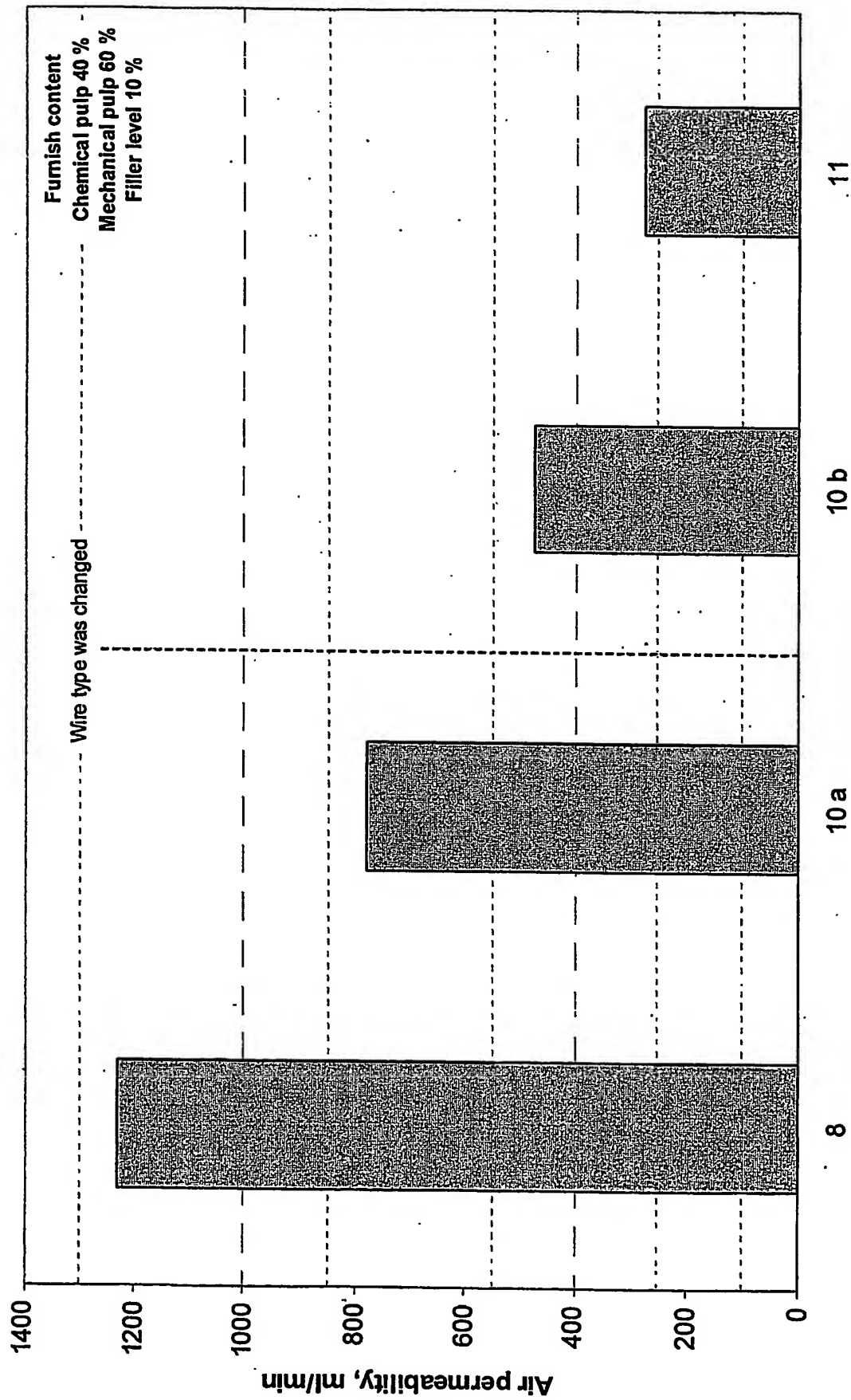


Fig. 5



# SuperFillin PCC-pitoisuus

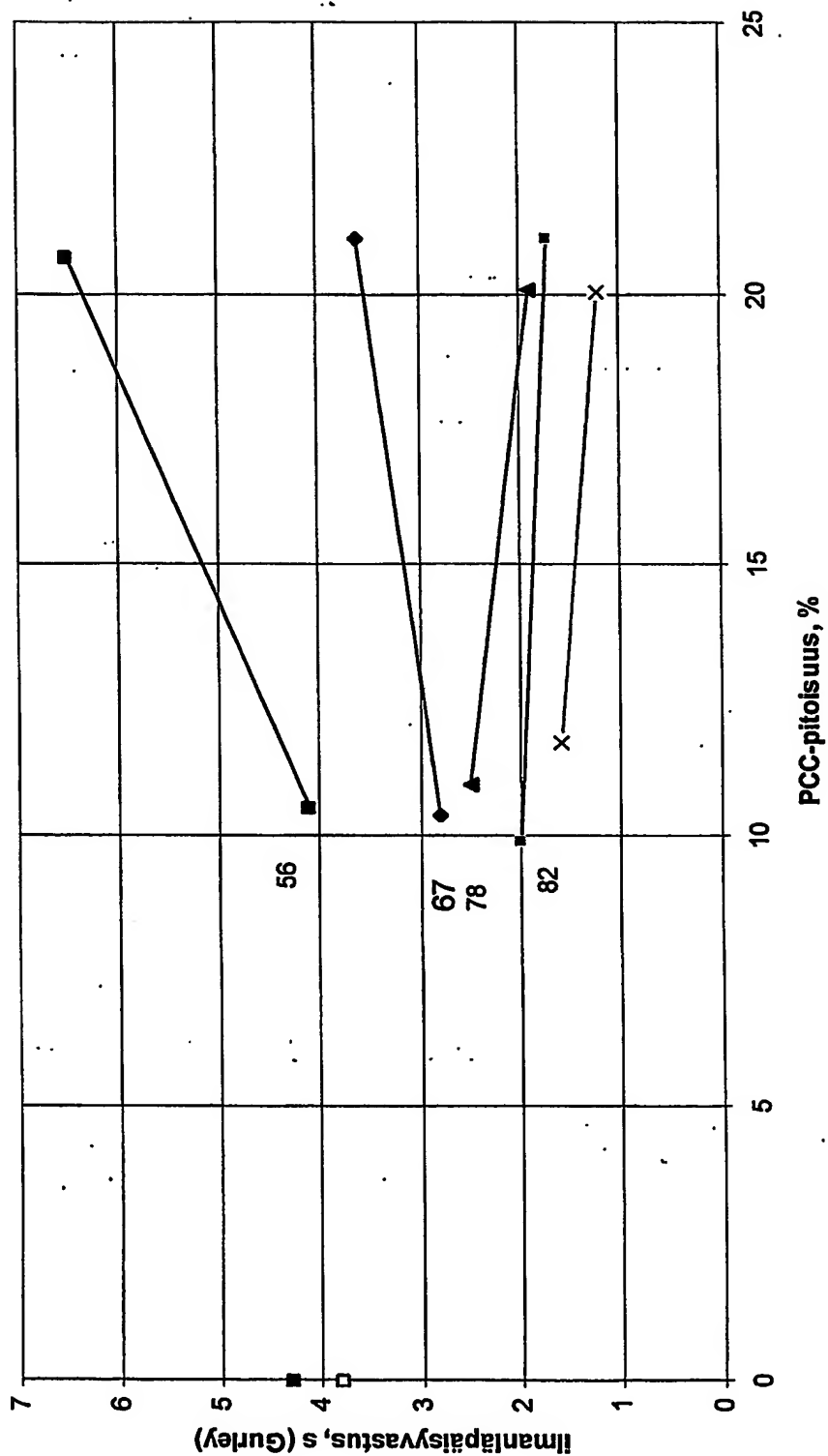


Fig. 6